

**Міністерство освіти і науки України
Тернопільський національний технічний університет
імені Івана Пулюя**

Кафедра харчової біотехнології та хімії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до лабораторної роботи з курсу
„Інструментальні методи аналізу”

***Оптичні методи аналізу. Визначення питомого
обертання та концентрації оптично активної речовини
(глюкози, сахарози, лактози або галактози)***

для студентів напрямку 6.051702
"Технологічна експертиза та
безпека харчової продукції"

Тернопіль - 2017

**Міністерство освіти і науки України
Тернопільський національний технічний університет
імені Івана Пулюя**

Кафедра харчової біотехнології та хімії

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до лабораторної роботи № 7 з курсу
„Інструментальні методи аналізу”

***Оптичні методи аналізу. Визначення питомого
обертання та концентрації оптично активної речовини
(глюкози, сахарози, лактози або галактози)***

для студентів напрямку 6.051702
"Технологічна експертиза та
безпека харчової продукції"

Тернопіль - 2017

Методичні вказівки до лабораторної роботи №7 "Оптичні методи аналізу. Визначення питомого обертання та концентрації оптично активної речовини (глюкози, сахарози, лактози або галактози)" з курсу „Інструментальні методи аналізу” для студентів напряму 6.051702 "Технологічна експертиза та безпека харчової продукції"— Тернопіль: ТНТУ, 2017.

Укладачі:

ст.викл. Шпилик О.Б.

ст.викл. Кушнірук Н.В.

Рецензент:

д.б.н., проф. Покотило О.С

Відповідальний за випуск: ст. викл. Шпилик О.Б.

Методичні вказівки розглянуті і затверджені на засіданні кафедри харчової біотехнології та хімії

Протокол № 7 від” 18 ” травня 2017 р.

Схвалено методичною комісією факультету інженерії машин, споруд та технологій

Протокол № 8 від” 25” травня 2017 р.

Вступ

Лабораторний практикум складений на основі програми дисципліни „ Інструментальні методи аналізу ” для студентів-бакалаврів напрямку для студентів напряму 6.051702 "Технологічна експертиза та безпека харчової продукції"

Робота в лабораторії, практичне засвоєння основ різних методів аналізу – найважливіша складова підготовки висококваліфікованих фахівців. Вивчення студентами практичного курсу аналітичної хімії вимагає від них вміння зосередитись на детальному вивченні властивостей хімічних елементів та їх сполук, стану речовини у розчинах, засвоєнні теоретичних основ найважливіших типів хімічних перетворень, що є основою різних методів аналізу. При виконанні лабораторних робіт студенти набувають навичок виконання найважливіших хімічних операцій. Їх знання, інтелект, здібності виявляться при виконанні контрольних робіт з аналізу як модельних, так і реальних об'єктів.

Лабораторні заняття є невід'ємною складовою частиною процесу вивчення курсу „ Інструментальні методи аналізу ”, оскільки сприяють глибшому розумінню і засвоєнню теоретичного матеріалу.

Лабораторні роботи необхідно виконувати свідомо, зі вмінням пояснювати всі деталі, з розумінням всіх явищ, які спостерігаються при виконанні дослідів. Лабораторним заняттям передують ретельна домашня підготовка. При виконанні лабораторних дослідів необхідно точно дотримуватися послідовності операцій, вказаних в лабораторному практикумі.

При проведенні кожного досліді необхідно виконувати правила техніки безпеки, уважно спостерігати і фіксувати всі ті зміни, які проходять з речовинами, самостійно робити висновки з проведеного досліді. Результати дослідів слід оформляти, як того рекомендує практикум.

1. Теоретична частина

Інструментальні методи вивчення якісного та кількісного складу речовин є одним із розділів аналітичної хімії. В основу цих методів аналізу покладено взаємозв'язок між складом хімічної системи і будь-яким її фізичним параметром, що змінюється в процесі хімічної реакції. Отже, у фізико-хімічних методах аналізу використовують такі хімічні реакції, перебіг яких супроводжується зміною фізичних властивостей речовин. Ці методи класифікують за видом фізико-хімічних явищ, на яких вони засновані, а саме: оптичні, електрохімічні, хроматографічні та ін.

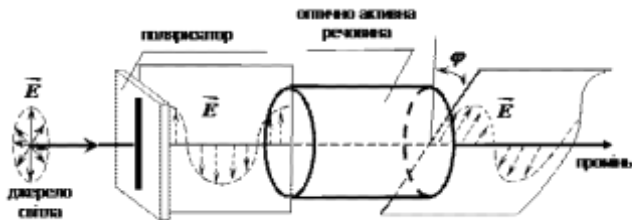
Оптичні методи ґрунтуються на вимірюванні оптичних властивостей розчинів речовин. До них відносять колориметрію, фотометрію, спектрофотометрію, нефелометрію, рефрактометрію, поляриметрію.

Поляриметрія

Поляриметрія — інструментальний метод дослідження, що ґрунтується на вимірюванні: 1) ступеня поляризації світла; 2) оптичної активності, тобто величини обертання площини поляризації світла при проходженні його крізь оптично активні речовини. Це фізичний метод оптичного кількісного аналізу (без проходження реакції – тому фізичний метод), за допомогою якого визначають кількість визначуваної речовини після вимірювання приладом поляриметром кута обертання площини поляризації оптично активною визначуваною речовиною.

Як відомо, світло — це електромагнітні хвилі, які відносять до поперечних хвиль. Характерним для них є те, що рухомі частинки здійснюють коливання в просторі в найрізноманітніших площинах. Якщо такий промінь пропустити крізь призму Ніколя (призми Ніколя виготовляють із кристалів ісландського шпату, відповідним чином розпиляних і склеєних канадським бальзамом), то з неї промінь вийде поляризованим, тобто коливання в ньому відбуватимуться лише в одній певній площині. Площину, перпендикулярну до площини коливань у поляризованому промені, називають **площиною поляризації**. Таким чином, за допомогою призми Ніколя можна визначити, в якій площині відбувається коливання поляризованого світла.

Обертання площини поляризації було відкрито Д. Арго (1811) і Ж. Біо (1815). **Оптичне обертання** — це здатність речовини обертати площину поляризації при проходженні крізь неї поляризованого світла.



Величина обертання площини поляризації світла в розчинах залежить від їх концентрації; тому поляриметрію широко застосовують для вимірювання концентрації оптично активних речовин. В аналітичній практиці нині широко використовують такі поляриметри, як СМ-3, П-161М, ИГП-01, СУ-4, СУ-5 та ін.

Речовини, здатні змінювати площину поляризації, називають **оптично активними**. Така їх властивість зумовлена наявністю в молекулах асиметричного атома Карбону, тобто атома, сполученого з чотирма різними атомами або групами атомів.

Оптична активність надзвичайно чутлива до будь-яких змін у будові речовини та міжмолекулярної взаємодії, тому вона може дати цінну інформацію про природу замісників у молекулах (як органічних, так і комплексних неорганічних сполук), про їх конформацію, внутрішнє обертання тощо. Труднощі теоретичного розрахунку оптичної активності хімічних сполук визначаються принциповою неадитивністю явища, що не дає змоги проводити розрахунки на підставі простої схеми, як це робиться, наприклад, у випадку молекулярної рефракції.

Залежно від природи оптично активної речовини обертання площини поляризації світла може мати різні напрями і величину. Якщо від спостерігача, до якого спрямоване світло, що проходить крізь оптично активну речовину, площина поляризації обертається за годинниковою стрілкою, то речовину називають правообертальною і перед її назвою ставлять знак "+", якщо ж площина поляризації обертається проти годинникової стрілки, то

речовину називають лівообертальною і перед її назвою ставлять знак "—".

Величину відхилення площини поляризації від початкового положення, виражену в кутових градусах, називають **кутом обертання** і позначають грецькою літерою α . Величина кута обертання залежить від природи оптично активної речовини, довжини шляху поляризованого світла в оптично активному середовищі (чистій речовині або розчині) і довжини хвилі світла. Для розчинів величина кута обертання залежить від природи розчинника і концентрації оптично активної речовини, а також температури, хоча здебільшого вплив температури незначний.

Для порівняльного оцінювання здатності різних речовин обертати площину поляризації світла обчислюють величину питомого обертання $[\alpha]$. **Питоме обертання** є константою оптично активної речовини. Питоме обертання $[\alpha]$ визначають за допомогою розрахунків як кут повороту площини поляризації монохроматичного світла на шляху завдовжки 1 дм у середовищі, що містить оптично активну речовину, за умови, що її концентрація дорівнює 1 г/см³.

Якщо немає спеціальних вказівок, визначення оптичного обертання проводять за температури 20 °С і довжини хвилі лінії D спектра натрію (589,3 нм). Відповідну величину питомого обертання позначають $[\alpha]_D^{20}$.

Величину питомого обертання для речовин, що перебувають у розчині, обчислюють за формулою:

$$[\alpha] = \frac{\alpha 100}{\ell C}, \quad (1)$$

де α — вимірний кут обертання, град.; ℓ — товщина шару, дм; C — концентрація розчину, г/100см³ розчину.

Вимірювання величини кута обертання проводять для оцінювання чистоти оптично активних речовин або для визначення їх концентрації в розчині. Для оцінювання чистоти речовини обчислюють величину його питомого обертання $[\alpha]$ за рівнянням (1). Концентрацію оптично активної речовини в розчині визначають за формулою (2):

$$c = \frac{\alpha 100}{[\alpha] \ell} \quad (2)$$

Цукрометрія — один із методів поляриметрії, який застосовують для визначення концентрації розчинів оптично активних речовин (переважно цукрів, звідки й назва методу). У цукрометрії умови вимірювання стандартизують, а шкалу вимірювального приладу градуують так, щоб при вимірюванні за стандартних умов безпосередньо відлічувати концентрацію оптично активної речовини (у %). Концентрацію цукру визначають за Міжнародною цукровою шкалою, 100 градусів якої відповідає обертанню площини поляризації світла водним розчином, що містить 26,00 г чистої сахарози у 100 см³ розчину, вимірюного за температури 20 °С у трубці завдовжки 20 см. Стандартні умови передбачають освітлення розчину цукру білим світлом. При вимірюванні концентрації інших речовин (наприклад, камфори) їх освітлюють монохроматичним світлом певної довжини хвилі. Цукрометрію широко застосовують у хіміко-фармацевтичній та харчовій промисловості.

Визначення концентрації сахарози у водному розчині.

Для вимірювання концентрації сахарози в розчинах за зміною кута обертання площини поляризації світла використовують різні цукрометри.

Цукрометри застосовують для контролю технологічних процесів на підприємствах харчової, переробної, фармацевтичної, хімічної та інших галузей промисловості, а також для контролю якості харчових продуктів. Найчастіше з цією метою використовують універсальний цукрометр СУ-5 (рис. 1).

Принцип роботи цукрометра полягає у здатності розчинів цукрів обертати площину поляризації світла, що проходить крізь них. Кут обертання розчином площини поляризації променя світла в об'ємі певної товщини пропорційний концентрації розчину. Цю залежність і покладено в основу роботи цукрометра.

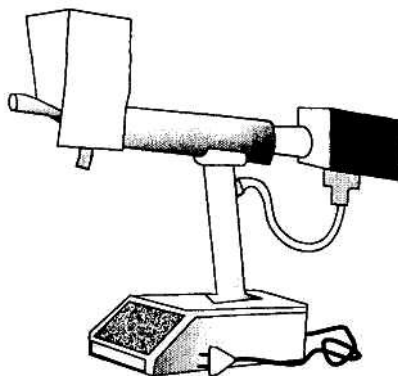
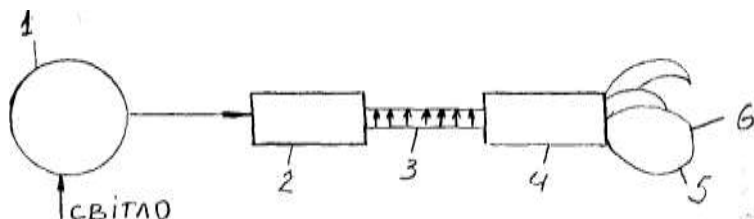


Рис.1.Цукрометр універсальний СУ-5.

Вимірювання проводять після установа кювети з розчином у відділення для кювет за нульовим значенням ноніуса, фіксуючи значення шкали, яке відповідає стану вирівняної освітленості полів порівняння. Шкала й ноніус освітлюються лампою через проекційну систему. Зображення шкали і ноніуса проектується об'єктивом на екран, і їх спостерігають на ньому крізь лупу.



1 - дзеркало

2 - поляризатор

3 - кювета з ВР

4 - аналізатор

5 - окуляр

6 – шкала

Рис.2.Оптична схема поляриметра

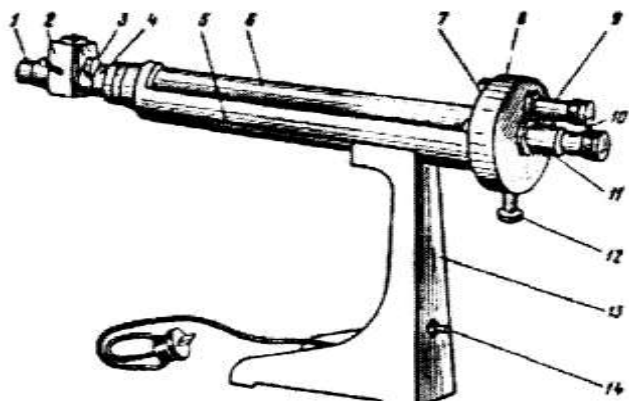


Рис. 3. Цукрометр СУ-3

1 - патрон з лампочкою; 2 - освітлювальний вузол; 3 - поворотна обойма із світлофільтром; 4 - оправа з поляризатором; 5 - траверса; 6 - камера для поляриметричної кювети; 7 - гвинт для встановлення шкали прилада на нуль; 8 - вимірювальна головка; 9 - окуляр шкали з ноніусом; 10 - окуляр аналізатора; 11- гільза з аналізатором; 12 - рукоятка кремальєрної передачі; 13 - основа приладу; 14- тумблер.

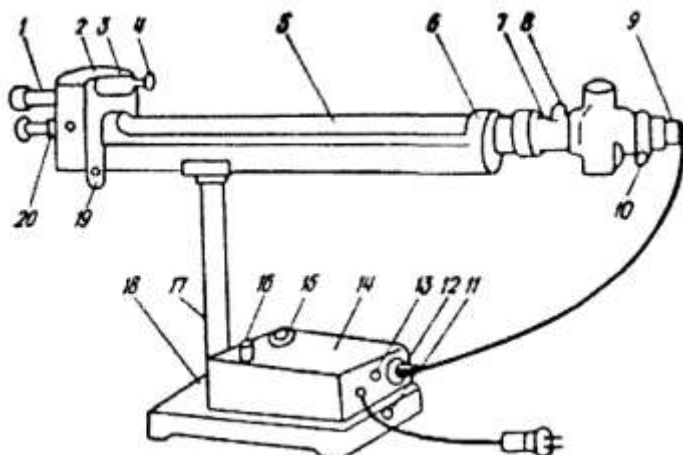


Рис. 5. Цукрометр СУ-4

1 - лупа; 2 - вимірювальна головка; 3 - ноніус; 4- знімний ключ; 5 - кюветне відділення; 6 - траверса; 7 - оправа; 8 - поворотна обойма; 9 - освітлювальний вузол; 10 - гвинт; 11 - гвинт заземлення; 12 - вилка рознімання; 13 - запобіжник; 14 - основа; 15 - кнопка; 16 - ручка резистора; 17 - стояк; 18- основа.

Принцип вимірювання кута обертання площини поляризації

Коли поляризатор і аналізатор встановлено так, що площини поляризації їх взаємно паралельні, то світло проходить через них і поле окуляра світле. Якщо повернути аналізатор на прямий кут, то площини поляризації будуть взаємно перпендикулярні і світло в окуляр попадати не буде, поле окуляра буде темним. Якщо в такому положенні аналізатора і поляризатора в кювету налити оптично активну речовину, то в окулярі з'явиться світло (бо площина змінилась). При обертанні поляризатора знов на темноту ми повертаємо аналізатор на кут α , тобто на кут обертання площини поляризації визначуваної речовини певної концентрації. Цей кут вимірюється по шкалі.

Відлік показників за допомогою ноніуса пояснюється рис.3.

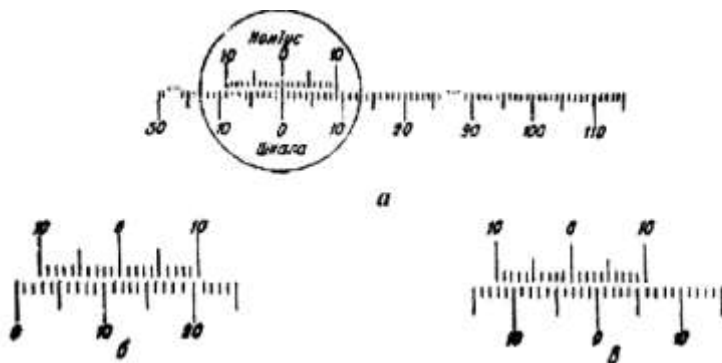


Рис. 3. Приклад відліку за шкалою цукрометра одинарної компенсації

На рис. 3, б показано положення шкали і ноніуса, яке відповідає відрахунку $+ 11,8^{\circ}\text{Z}$ оскільки нульова поділка ноніуса розташована правіше нуля шкали на 11 повних поділок, а в правій частині ноніуса з однією із поділок шкали співпала тільки восьма поділка ноніуса.

На рис. 3 показано положення шкали і ноніуса, яке відповідає відрахунку $- 3,2^{\circ}\text{Z}$. Нульова поділка ноніуса знаходиться зліва від поділки нуля на шкалі на три повних його поділки, а в лівій частині ноніуса з одною з поділок шкали співпадає тільки друга поділка ноніуса.

Роботу з поляриметром починають з того, що перевіряють його поле, яке повинно мати форму кола, розділеного вертикальною лінією на дві рівні за розміром, однаково освітлені частини. Чіткість коригується за оком того, хто працює з приладом, контур поля зору має бути максимально чіткий, не розмитий, чистий.

Після цього перевіряють нуль приладу. Якщо за однакової освітленості обох половинок поля нуль ноніуса не збігається з нулем рухомої шкали, їх суміщають за допомогою спеціального ключа. Нульову точку приладу перевіряють кілька разів.

Поляриметричні кювети

Під час налагодження приладів і в процесі їх щоденної експлуатації правильність шкал перевіряють за допомогою контрольних кварцових трубок.

Під час поляриметричних вимірювань використовують *поляриметричні кювети* завдовжки 200 мм, під час аналізу темних продуктів - 100 мм, під час визначення вмісту сахарози в буряковій стружці - 400 мм. Називають їх відповідно *нормальні*, *напівнормальні* і *двонормальні*. Внутрішній діаметр кювет 9 мм.

2. Експериментальна частина

Дослід 1. *Визначення питомого обертання та концентрації оптично активної речовини (глюкози, сахарози, лактози або галактози)*

Обладнання, прилади та матеріали

Цукрометр

Розчини глюкози, сахарози, лактози, галактози

Фільтрувальний папір

Дистильована вода

Спирт

Порядок виконання роботи

Дотримуючись правил роботи на приладі визначити α досліджуваного розчину цукру

Порядок роботи на приладі

1. Роботу з поляриметром починають з того, що перевіряють його поле, яке повинно мати форму кола, розділеного вертикальною лінією на дві рівні за розміром, однаково освітлені частини. Чіткість коригується за оком того, хто працює з приладом, контур поля зору має бути максимально чіткий, не розмитий, чистий.

Після цього перевіряють нуль приладу. Якщо за однакової освітленості обох половинок поля нуль ноніуса не збігається з нулем рухомої шкали, їх суміщають за допомогою спеціального ключа. Нульову точку приладу перевіряють кілька разів.

2. Заповнити кювету досліджуванним розчином так, щоб не було бульбашок повітря, закрити пробкою і вставити в трубку. При цьому рівномірність забарвлення поля зору окуляра порушується. Потрібно повернути лімб аналізатора до рівномірного освітлення поля зору окуляра. Визначити кут (цілі градуси по нижній шкалі, десяті - по верхній) – це буде кут обертання площини поляризації (α)..

Після кожного вимірювання кювету промивати теплою дистильованою водою, споліскувати спиртом та висушувати.

Оформлення лабораторних робіт

Після вивчення відповідного теоретичного матеріалу і методики аналізу, ознайомлення з приладами, які використовуються в роботі, практичного виконання аналізу і обробки його результатів студент в лабораторному журналі складає протокол лабораторної роботи. Останній складається з наступних розділів:

- 1) теоретичний вступ (висвітлюється наукова суть методу);
- 2) прилади, посуд, матеріали, реактиви (подається перелік матеріальної частини, яка використовується для аналізу);
- 3) хід роботи (описується послідовність операцій, які виконує студент під час підготовки до аналізу і самого аналізу);
- 4) результати аналізу і їх обробка (складається таблиця з результатами аналізу, за розрахунковою формулою обчислюється кінцевий результат, вказується похибка аналізу);
- 5) заключення (порівнюється результат даного аналізу з відповідними показниками якості, вказаними в стандартах).

Питання для самоконтролю

1. У чому полягає суть поляриметричного методу аналізу?
2. Теоретичні основи поляриметрії.
3. Будова поляриметра та його оптична схема.
3. Порядок роботи з поляриметром.

Література

1. Ч.А. Пападич, С.Р. Траубенберт, і інші. Аналітична хімія.- М.:Хімія, 1989.
2. В.Ф. Барковський і інші. Основи фізикохімічних методів аналізу.-М.:Вища школа, 1983.
- 3..Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия: В двух книгах: кн.1-М.:Химия, 1990.
- 4.Крешков А.П. Основы аналитической химии, ч.3. Физико-химические (инструментальные) методы анализа.- М.:Химия, 1970.-471с.
- 5.Луцевич Д.Д.,Мороз А.С.,Грибальська О.В. Аналітична хімія: підручник-2-е вид., перероб. і доп. К,:Медицина,2009.-416.

Зміст

Вступ	3
1.Теоретична частина	4
2.Експериментальна частина	12
Оформлення лабораторних робіт	13
Питання для самоконтролю	14
Література	15